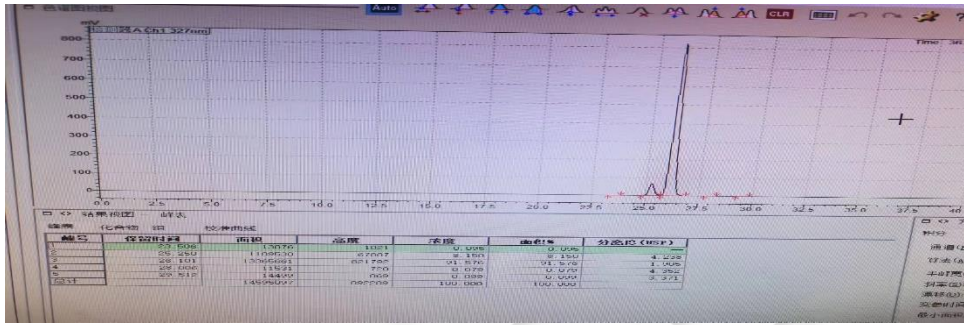


分离纯化报告

样品信息			
样品名称	XG-1	项目编号	20230719-625
样品性状	白色固体	样品重量	/
收样日期	2023/07/23	测试期间	2023/07/23-2023/07/26
目标物信息			
客户分析图谱 1:			
			
目标物保留时间	杂质： 25.25min API： 26.10min	面积归一化含量: (327nm, %)	杂质： 8.15% API： 91.5%
实验要求			
需要筛选色谱柱填料和方法，分离两个异构体，能在制备上能分开，纯化并收集 API 前面是杂质。			
试剂信息			
试剂名称	级别	供应商	
甲酸铵	AR	西亚试剂	
乙腈	色谱级	月旭	
三氟乙酸	AR	阿拉丁	
仪器信息			
仪器名称	仪器型号	仪器厂家	
分析高效液相色谱仪	LC-20AD	岛津	
制备高效液相色谱仪	Welprep2000	月旭	



1. 试验过程

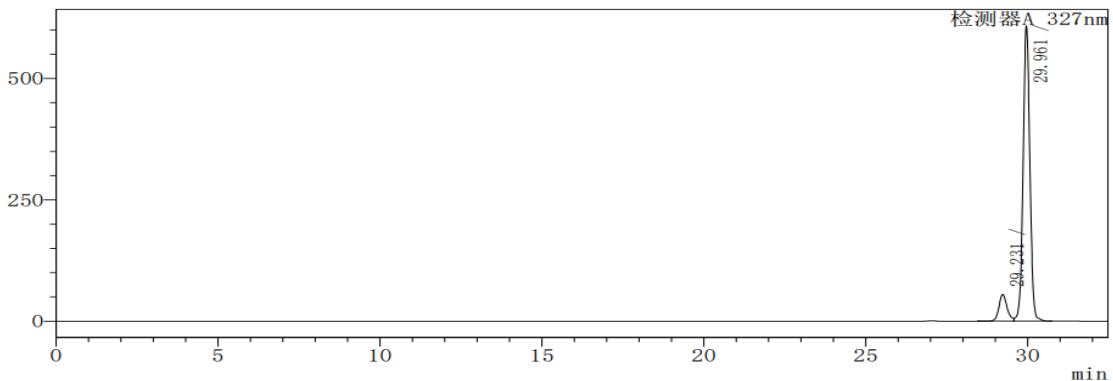
1.1. 方法重现

称取样品 1.33mg，置于 5mL 离心管中，加入 0.5ml 水+0.5ml 乙腈溶解，过滤至进样小瓶中，按照以下色谱分析方法进行分析：

色谱柱	Xtimate Phenyl-Hexyl 4.6×250mm, 5μm		
流动相 A	100mM 甲酸铵+0.1%TFA		
流动相 B	色谱级甲醇		
流速	1ml/min		
进样量	5μl		
柱温	30°C		
检测波长	327nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	45	55
	25	25	75
	30	20	80
	35	10	90
	35.1	45	55
	47	45	55

分析图谱如图 2 所示：

<色谱图>
mV



<峰表>

化合物名	保留时间	面积	面积%	论塔板数(US)	拖尾因子	分离度(USP)
	29.231	967718	9.885	67674	--	--
	29.961	8822449	90.115	98074	1.032	1.754
		9790167	100.000			

图 2 方法重现图谱

声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园.紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969

第 2 页 共 6 页

邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500



结论：通过与图 1 进行比较，保留时间 29.2min 为目标杂质,保留时间为 29.96min 为 API。

1.2. 分离纯化过程

1.2.1. 方法开发

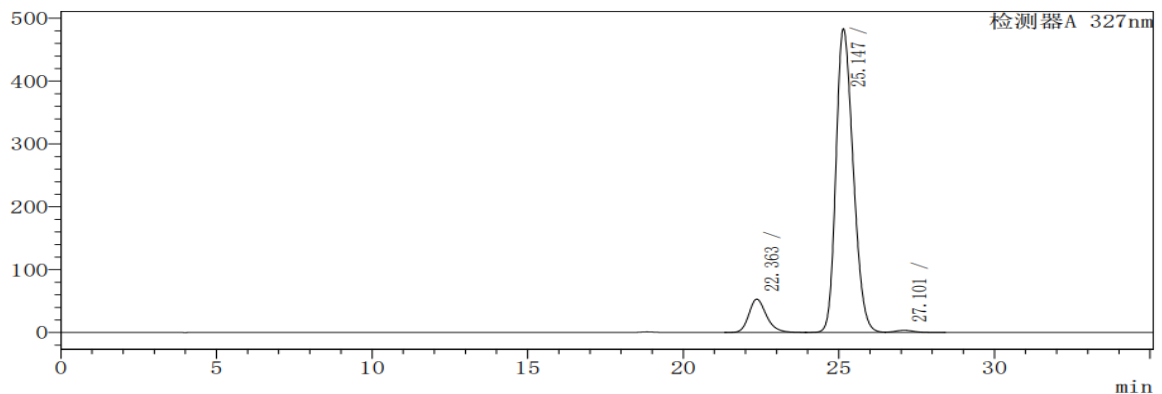
取 1.1 项下样品，按照以下色谱分析方法进行分析：

色谱柱	Ultimate XB-Phenyl 4.6×250mm, 5μm		
流动相 A	100mM 甲酸铵+0.1%TFA		
流动相 B	色谱级甲醇		
流速	0.8ml/min		
进样量	5μl		
柱温	30°C		
检测波长	327nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	30	70
	40	30	70

分析图谱如下图 3 所示：

<色谱图>

mV



<峰表>

检测器A 327nm

化合物名	保留时间	面积	面积%	论塔板数(US)	拖尾因子	分离度(USP)
	22.363	2088212	10.002	7859	1.235	--
	25.147	18639997	89.285	9761	1.232	2.747
	27.101	148747	0.712	9437	--	1.831
		20876956	100.000			

结论：由图可见，两目标物优化最佳分离度 2.7。

1.2.2. 样品制备

取 6mg 样品，用 1ml 乙腈+5ml 水溶解，过滤至进样小瓶中，取约 4mg 即 4ml，分两次每次

声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

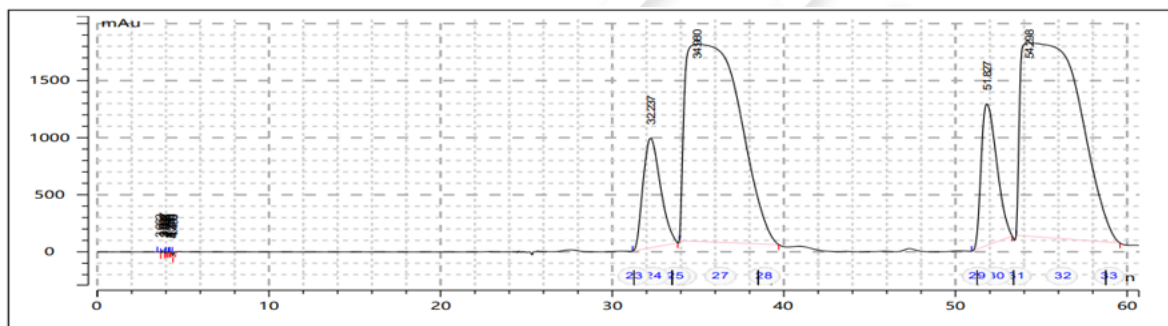
Tel:400-810-6969



2ml, 间隔 20min, 等量进样,按照以下色谱方法进行制备:

色谱柱	Ultimate XB-Phenyl 10×250mm, 5μm		
流动相 A	100mM 甲酸铵+0.1%TFA		
流动相 B	色谱级甲醇		
流速	4ml/min		
进样量	4mg(分两次循环进)		
柱温	室温		
检测波长	327nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	100	0
	80	100	0

制备图谱如图 4 所示:



峰列表

No	名称	保留时间 (min)	峰面积 (mAu*s)	峰宽 (min)	半峰宽 (min)	峰高 (mAu)	面积百分比 (%)	峰类型
1	N.A.	3.662	75.416	0.160	0.104	12.138	0.008	BB
2	N.A.	3.837	195.429	0.192	0.128	26.159	0.021	BB
3	N.A.	3.967	18.576	0.052	0.032	9.655	0.002	BB
4	N.A.	4.038	22.164	0.092	0.060	6.196	0.002	BB
5	N.A.	4.183	6.427	0.054	0.034	3.097	0.001	BB
6	N.A.	4.250	6.530	0.072	0.044	2.494	0.001	BB
7	N.A.	4.370	19.273	0.040	0.035	4.946	0.002	BB
8	N.A.	4.490	106.539	0.111	0.074	22.402	0.011	BB
9	N.A.	32.237	67621.154	1.790	1.124	962.866	7.216	BB*
10	N.A.	34.980	382571.269	4.943	3.689	1728.997	40.823	BB*

经过制备, 将目标馏分分别收集到洁净干燥的馏分收集瓶中。

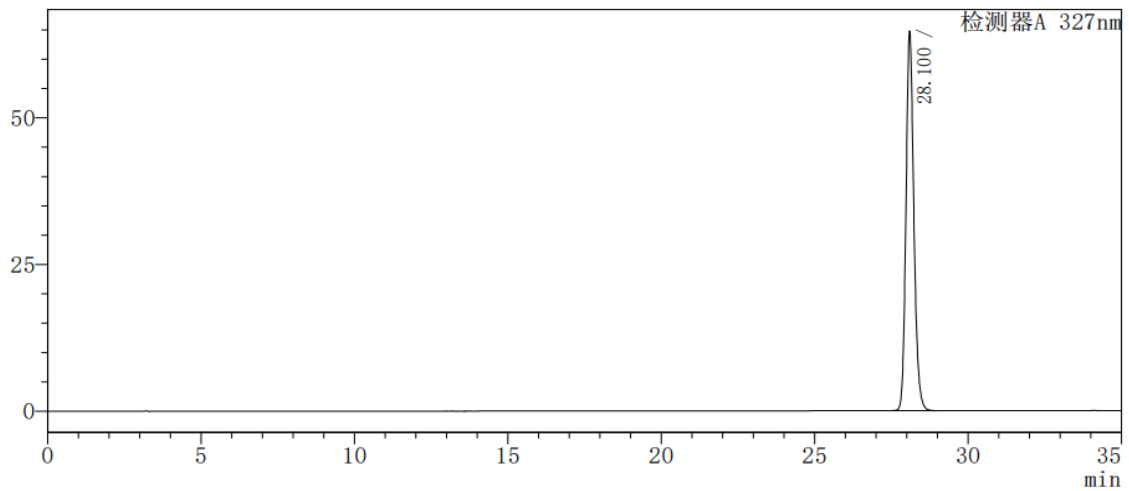
1.2.3. 杂质分析

将 1.2.2 中馏分 24 和馏分 30 分别进行液相色谱分析, 具体分析条件同“步骤 1.1”一致。分析图谱如图 5, 图 6 所示:



<色谱图>

mV



<峰表>

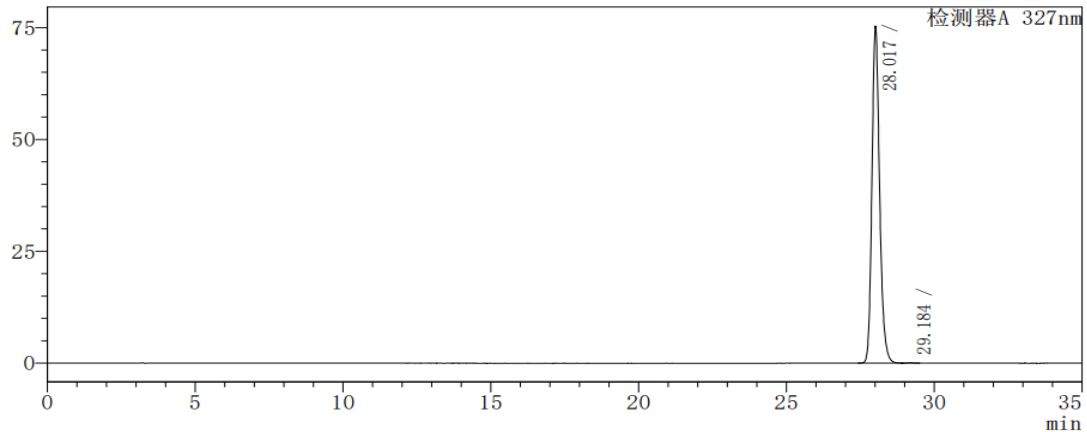
检测器A 327nm

化合物名	保留时间	面积	面积%	论塔板数(US)	拖尾因子	分离度(USP)
	28.100	1149983	100.000	58663	1.174	--
		1149983	100.000			

图5 制备液 24 分析图谱

<色谱图>

mV



<峰表>

检测器A 327nm

化合物名	保留时间	面积	面积%	论塔板数(US)	拖尾因子	分离度(USP)
	28.017	1354385	99.918	57782	1.203	--
	29.184	1109	0.082	90958	--	2.735
		1355494	100.000			

图6 制备液 30 分析图谱

结论：由图可见，制备液 24 面积归一化含量为 100%（327nm），制备液 30 面积归一化含量为 99.9%（327nm）纯度符合客户要求。

声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969



2. 结论

使用月旭 Ultimate XB-Phenyl (10×250mm, 5μm) 在此色谱条件下进行制备, 上样量 2mg, 循环进样制备, 可以将两个物质完全分开, 并一次满足客户纯度要求。

报告人: Ada

审核人: Jim

日期: 2023.07.27



声明: 除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。

Add: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾 (中山) 科技园. 紫荆园 10 号楼

Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Add: 江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel: 400-810-6969

第 6 页 共 6 页

邮编: 201600

邮编: 321000

邮编: 211500

